

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-166828

(43)公開日 平成6年(1994)6月14日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 B 67/22	D	7306-4H		
D 0 6 P 3/52	Z	9160-4H		

審査請求 未請求 請求項の数4(全13頁)

(21)出願番号 特願平4-323033

(22)出願日 平成4年(1992)12月2日

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 勝田 修之

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住友化学工業株式会社内

(72)発明者 藪下 伸一

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住友化学工業株式会社内

(72)発明者 橋爪 修平

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住友化学工業株式会社内

(74)代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

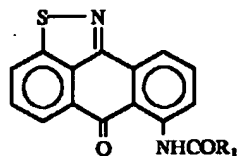
(54)【発明の名称】 高耐光着色性組成物およびそれを用いる疎水性材料の着色方法

(57)【要約】

【目的】 ポリエステル系繊維などの疎水性材料を均一に再現性よく、着色することができ、高度の耐光性を有する着色物を得ることができる高耐光着色性組成物を提供する。

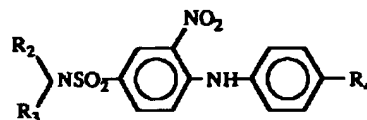
【構成】

【化1】



【式中R<sub>1</sub>は、C<sub>1</sub>-4 アルキル基、C<sub>1</sub>-4 アルコキシ基または置換されていてもよいフェニル基を表す。】で示される化合物群から選ばれる一種以上の化合物および

【化2】



【式中R<sub>2</sub> およびR<sub>3</sub> は互いに独立して水素原子、C<sub>1</sub>-4 アルキル基または置換されていてもよいフェニル基、R<sub>4</sub> は、水素原子またはC<sub>1</sub>-4 アルコキシ基を示す。】で示される化合物群から選ばれる一種以上の化合物を含有する。

1

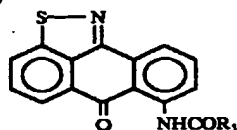
2

【特許請求の範囲】

【請求項1】下記一般式(I)

\*【化1】

\*

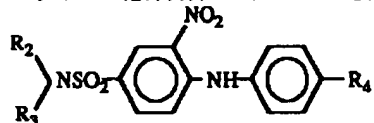


(I)

【式中R<sub>1</sub> は、C<sub>1</sub>-4 アルキル基、C<sub>1</sub>-4 アルコキシ基またはフェニル基を表す。】で示される化合物群から選

※ばれる一種以上の化合物および下記一般式(II)

【化2】

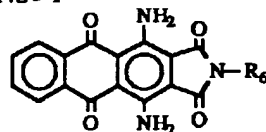


(II)

【式中R<sub>2</sub> およびR<sub>3</sub> は互いに独立に水素原子、C<sub>1</sub>-4 アルキル基またはフェニル基、R<sub>4</sub> は水素原子またはC<sub>1</sub>-4 アルコキシ基を示す。】で示される化合物群から選

★【式中、Y<sub>3</sub> およびY<sub>4</sub> の一方はNH<sub>2</sub>、他方はOH を、nは1または2を表す。】、下記一般式(V)

【化5】



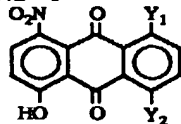
(V)

【請求項2】一般式(I)で示される化合物群から選ばれる一種以上の化合物5~99重量%および一般式(II)で示される化合物群から選ばれる一種以上の化合物95~1重量%含有してなる請求項1に記載の組成物。

【請求項3】請求項1に記載の組成物を用いることを特徴とする疎水性材料の着色方法。

【請求項4】黄色成分として請求項1に記載の組成物を用い、青色成分として、下記一般式(III)

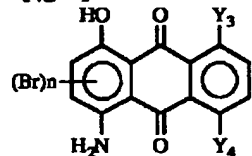
【化3】



(III)

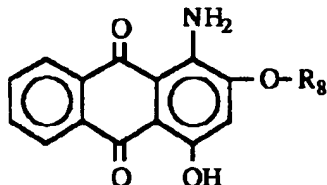
【式中、Y<sub>1</sub> およびY<sub>2</sub> の一方はOH、他方はNHR<sub>5</sub> を表し、R<sub>5</sub> は置換されていてもよいフェニル基を表す。】、下記一般式(IV)

【化4】



(IV) 40

★



(VII)

【式中R<sub>8</sub> は置換されていてもよいC<sub>1</sub>-4 アルキル基または、置換されていてもよいフェニル基を表す。】で示

される化合物群から選ばれる少なくとも一種を用いる請求項3に記載の着色方法。

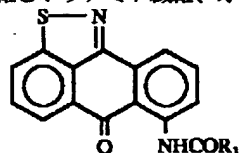
【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は高耐光着色性組成物およびそれを用いる疎水性材料の着色方法に関する。更に詳しくは、本発明は、例えば、ポリエステル繊維またはその混交品などの疎水性繊維材料を高耐光染色するために黄色色素として有用な組成物およびその応用に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】特開昭59-51950号公報、同60-239577号公報、同61-20767号公報などに、自動車内装材として多用されているポリエステル系繊維材料を高耐光染色することができる染料として種々の分散染料組成物が知られている。しかしながら、これらの公知の分散染料組成物を用いてポリエステル繊維またはポリエステル繊維とポリアミド繊維、カチ\*



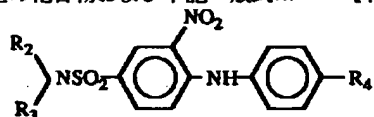
(I)

【0004】〔式中R<sub>1</sub>は、C<sub>1</sub>-4 アルキル基、C<sub>1</sub>-4 アルコキシ基またはフェニル基を表す。〕で示される化合物群から選ばれる一種以上の化合物および下記一般式※

※(II)

【0005】

【化9】



(II)

〔式中R<sub>2</sub> およびR<sub>3</sub> は互いに独立に水素原子、C<sub>1</sub>-4 アルキル基またはフェニル基、R<sub>4</sub> は、水素原子またはC<sub>1</sub>-4 アルコキシ基を示す。〕で示される化合物群から選ばれる一種以上の化合物を含有して成る高耐光着色性組成物、およびそれを用いることを特徴とする疎水性材料の着色方法を提供するものである。前記一般式(I)で示される化合物は、例えば、特公昭44-21431号公報および特開昭48-73571号公報などに記載されている公知の化合物である。また、前記一般式(II)で示される化合物も、C. I. Disperse Yellow (シー・アイ・ジスパース イエロー) 42、86などとして公知の化合物である。本発明の組成物は、一般式(I)で示される化合物群から選ばれる少なくとも一種の化合物および一般式(II)で示される化合物群から選ばれる少なくとも一種の化合物を使用目的に応じて任意の割合で公知の方法で配合することによって製造することができるが、前者と後者の配合重量比率は、望ましくは5~99:95~1、更に好ましくは20~99:80~1である。本発明の組成物は、色相の調整などの目的で前記一般式★

\* オン染料可染型ポリエステル繊維、アセテート繊維、セルロース繊維などとの混交品を染色し、自動車内装用として用いると、とりわけ、ポリエステル繊維が極細フィラメント系、異形断面系、TiO<sub>2</sub>などによる艶消し糸などの加工糸である場合、高温、長時間の露光によって黄色が褪色し、染色物が変色してしまうという問題が指摘されている。また、これら公知の分散染料は自動車内装用として高耐光を重点に選定されているため特に起毛品や極細繊維の染色に要求されている均染性や再現性に問題が残されている。本発明は、このような問題を解決し、広く疎水性材料の高耐光着色に有用な組成物を提供するものである。

【0003】

【課題を解決するための手段】本発明は下記一般式

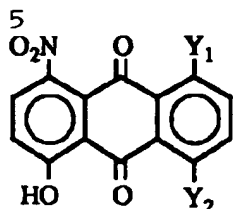
(I)

【化8】

★(I)および(II)で示される化合物以外に黄色系分散染料として知られているアゾ系、キノフタロン系またはピリドン系などの化合物を含有することができる。また、目的、用途に応じて、分散剤、増量剤、pH調整材、分散均染剤、ビルダー、染色助剤、溶剤、樹脂バインダーなどを含有することができる。本発明の組成物は、良好な耐光性を有すると共に、染色において均染性、再現性に優れた性能を示す組成物として有用である。耐光性においては、本組成物を黄色成分として三原色使用する場合に特に良好な性能を示す。三原色使用における青色成分および/または赤色成分としては、それぞれ分散染料として公知のアントラキノン系、アゾ系、ヘテロアゾ系または縮合系のいずれの化合物とも併用することができるが、特にアントラキノン系化合物との三原色使用が効果的である。好ましい三原色使用として、本発明の組成物を黄色成分として用い、青色成分として、下記一般式(III)

【0006】

【化10】



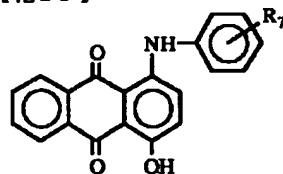
(III)

【0007】〔式中、Y<sub>1</sub> およびY<sub>2</sub> の一方はOH、他方はNHR<sub>5</sub>を表し、R<sub>5</sub>は例えば、ハロゲン、ヒドロキシC<sub>1-3</sub>アルキル基、C<sub>1-3</sub>アルキルスルホニル基、C<sub>1-3</sub>アルキルカルボニルオキシ基またはフェニルカル

\*【0011】〔式中R<sub>6</sub>はC<sub>1-4</sub>アルコキシ基、C<sub>1-4</sub>アルコキシC<sub>1-4</sub>アルコキシ基、または、C<sub>1-4</sub>アルコキシC<sub>1-4</sub>アルキル基を表す。〕、および下記一般式(I)

【0012】

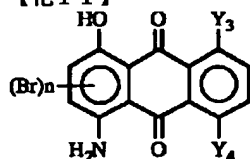
【化13】



(VI)

【0008】

【化11】

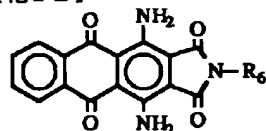


(IV)

【0009】〔式中、Y<sub>3</sub> およびY<sub>4</sub> の一方はNH<sub>2</sub>、他方はOHを、nは、1または2を表す。〕、下記一般式(V)

【0010】

【化12】



(V)

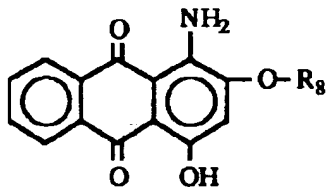
20

【0013】〔式中R<sub>7</sub>は、C<sub>1-4</sub>アルキルスルフォニル基、C<sub>1-4</sub>アルコキシカルボニル基またはフェニルオキシカルボニル基を表す。〕で示される各化合物群から選ばれる少なくとも一種の化合物、および/または赤色成分として下記一般式(VII)

【0014】

【化14】

\* 30



(VII)

【0015】〔式中R<sub>8</sub>は、例えば、ヒドロキシ基、フェノキシカルボニル基またはC<sub>1-3</sub>アルコキシカルボニルC<sub>1-3</sub>アルキル基などで置換されていてもよいC<sub>1-4</sub>アルキル基または、例えば、C<sub>1-3</sub>アルキル基、C<sub>1-3</sub>アルコキシ基、ハロゲン、ヒドロキシ基、C<sub>1-3</sub>アルキルカルボニルオキシ基、C<sub>1-3</sub>アルコキシカルボニルC<sub>1-3</sub>アルコキシ基またはC<sub>1-3</sub>アルコキシC<sub>1-3</sub>アルキルアミノスルホニル基などで置換されていてもよいフェニル基を表す。〕で示される化合物群から選ばれる少なくとも一種を用いる態様を例示することができる。上記一般式(III)～(VII)で示されるアントラキノ系化合物はいずれも分散染料として公知の化合物である。本発明の組成物は、高耐光性分散染料、昇華転写型乾熱記録用高耐光性色素などとして、ポリエステル、カチオン可※50

40

※染型ポリエステル、ジアセテート、トリアセテート、ポリアミド、ポリカーボネートなどの疎水性材料の着色に有用である。とりわけ、本発明の組成物は疎水性繊維材料を染色または捺染する高耐光性黄色系分散染料として有用である。本発明の組成物を分散染料として用いる場合、一般式(I)、一般式(II)で示される化合物は、それぞれ製造工程から得られるウェットケーキに、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物やリグニンスルホン酸系などの分散剤の単独あるいは混合物を加えてサンドミルなどで微粒化分散して得られるリキッド品、あるいはそれを乾燥して得られるパウダー品の状態でそれぞれ所定量を配合してもよいが、染色時、染浴中で配合してもよい。疎水性繊維材料を染色するにあたっては、本発明の組成物を水性媒体中に分散させた染色浴に、必要に

7

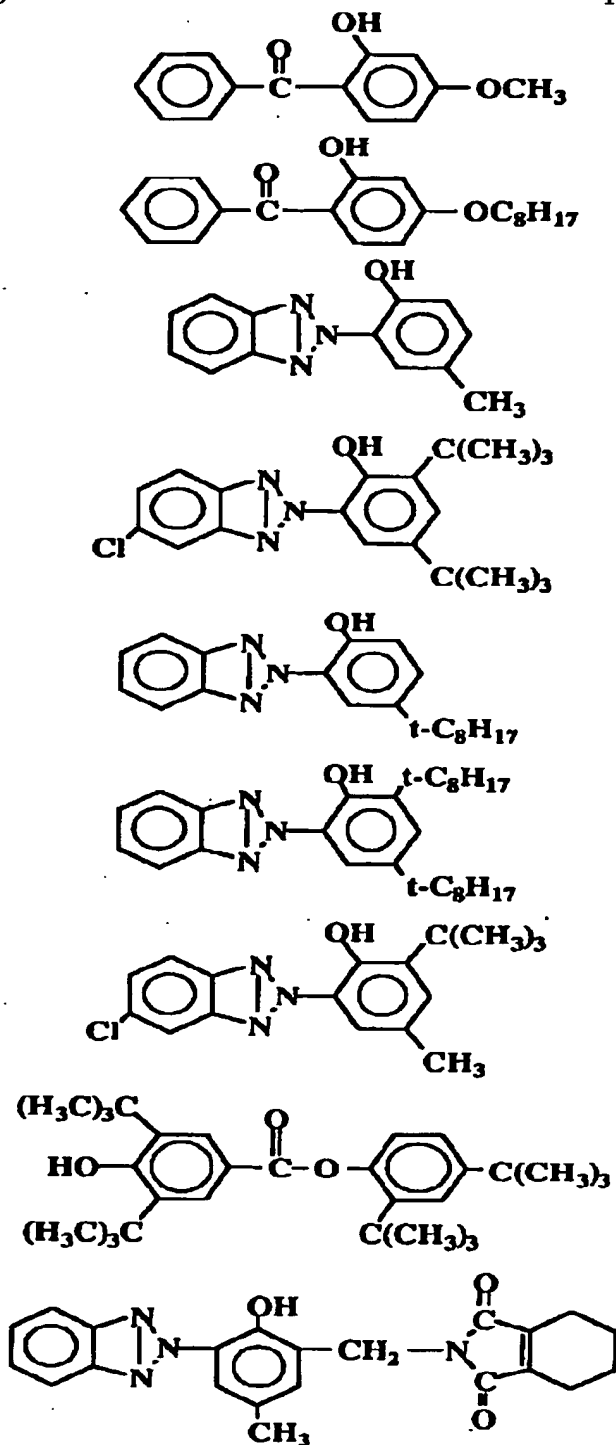
店じてpH調整剤、分散均染剤などを加えた後、繊維材料を浸漬して、加圧下105℃以上、好ましくは110～140℃で30～60分間染色する。この染色時間は染色の状態により短縮または延長することができる。また、*o*-フェニルフェノールやメチルナフタレンなどのキャリアーの存在下で比較的低温、たとえば水の沸騰状態で染色することもできる。更に、染料分散液を布にパディングした後、100℃以上でスチーミングや乾熱処理する染色方法も可能である。捺染の場合は、染料分散

8

液を適当な糊剤と共に練り合わせ、これを布に印捺した後、スチーミングまたは乾熱処理を行う。また、インクジェット方式によって捺染することもできる。更に耐光性の優れた染色物を得るため紫外線吸収剤として、たとえば下記に示すような公知のベンゾトリアゾール系化合物の一種以上を使用することができる。

【0016】

【化15】



このような紫外線吸収剤の使用量は特に制限されないが、好ましくは被染色物の重量に対し0.5～5%である。疎水性繊維材料としては、ポリエステル、カチオン可染型ポリエステル、ジアセテート、トリアセテート、ポリアミド、ポリカーボネートなどが挙げられる。またポリエステル繊維との混交品としては、ポリアミド、ジアセテート、カチオン可染型ポリエステル、セルローズ\*50

\* 繊維、羊毛、絹との混紡、交織品が挙げられる。本発明の組成物は、それを分散染料として用いる場合、ポリエステル系繊維材料がポリエステル極細フィラメント糸、異形断面糸、TiO<sub>2</sub>などを含む艶けし加工糸などの各種加工、改質糸であっても、優れた均染性と再現性で優れた耐光性の染色物を得ることができ、また、ターリング性においても優れるものである。また、得られた染色物

11

は、座席シートなどの自動車内装材として用いても、高温、長時間の露光に十分に耐えるものである。以下、実施例により本発明を更に詳しく説明する。なお、本文中、%は重量%を表わす。

【0017】

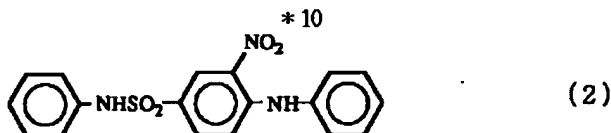
【実施例】

実施例1

下記式(1)

【0018】

【化16】



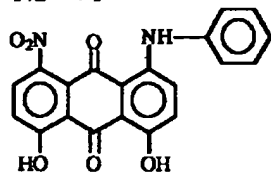
【0021】の化合物150gを、ナフタレンスルホン酸ソーダのホルマリン縮合物300gと共に、600gの水中でサンドミルにより微粒化し次いでリグニンスルホン酸350gを加えた後、噴霧乾燥した。乾燥品として、化合物(1)15%、(2)15%を含み、アニオン系分散剤65%、水分5%から成る黄色分散染料組成物を得た。本組成物5gを水1000mlに分散させ、酢酸と酢酸ナトリウムを添加してpH5に調整し、染浴を作成した。この染浴にテトロントロピカル(ポリエステル布東レ(株)製品)100gを浸し、60℃から1分間に1℃の割合で昇温し、130℃で60分間染色した。ついで染色物をカセイソーダ3g、ハイドロサルファイト3g、ベタイン型両性界面活性剤3gと水3000gからなる処理液で、85℃で10分間還元洗浄処理を行い、水洗、乾燥したところ、均一で濃厚な黄色の染色物が再現性良く得られた。耐光堅牢度は、染色布にウレタンフォームを裏打ちし、カーボンアークフェードメーター(スガ試験機ロングライフタイプ)中で83℃600時間照射した後、JIS L 0804-1965変褪色用グレースケールにて判定したところ、4級と良好な値を示した。

【0022】実施例2

実施例1で得られた黄色分散染料組成物1.8gと下記式(3)

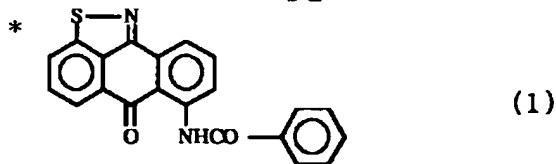
【0023】

【化18】



【0024】で示される青色分散染料1.35g(染料原体30%とアニオン系分散剤からなるビルダーを含む分散染料※

12



【0019】の化合物150gと下記式(2)

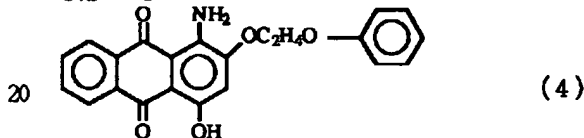
【0020】

【化17】

※料調合物)、下記式(4)

【0025】

【化19】



で示される赤色分散染料2.5g(染料原体30%とアニオン系分散剤からなるビルダーを含む分散染料調合物)を染浴中に配合し、水1000mlに分散させ、酢酸と酢酸ナトリウムを添加してpH5に調整し、染浴を作成した。この染浴にテトロントロピカル(ポリエステル東レ(株)製品)100gを浸し、実施例1と同様に染色し、得られた染色物は焦げ茶色に均一に再現性良く染色された。比較例として、式(1)の化合物300gとナフタレンスルホン酸ソーダのホルマリン縮合物300gを600gの水中で微粒化し、次いでリグニンスルホン酸350gを加えた後、噴霧乾燥して染料調合物を得た。同様に式(2)の化合物についても微粒化後、乾燥して仕上げた。それぞれ化合物30%を含む分散染料調合物を得た。本分散染料調合物を使用し、表2の実施例と同様に三原色配合染色を行い、染色布を得た。得られた各染色布にウレタンフォームを裏打ちし、310nm以下の光を遮断する紫外線カットフィルターを、試料表面から1cmのところに取り付けたものをキセノンフェードメータ(ブラックパネル温度89℃)で750kJ照射し(検出波長340nm)、JIS L 0804-1965変褪色用グレースケールで判定すると、表1に示すように実施例2の染色布の耐光堅牢度は、比較例1および比較例2に比べ、著しく優れていた。

【0026】

【表1】

	染料組合せ (g)				耐光堅牢度
	式(1) (黄)	式(2) (黄)	式(3) (青)	式(4) (赤)	
実施例2	0.9	0.9	1.35	2.5	4-5級
比較例1	1.8	0	1.35	2.5	3-4級
比較例2	0	1.8	1.35	2.5	3級

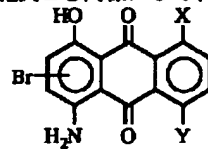
【0027】実施例3～7

化合物(1)、(2)、(3)、(4)および下記式(5)、(6)の化合物についてそれぞれ30%を含有する分散染料調合物を作成し、ポリエステル起毛布(帝人(株)製)100gを、実施例2と同様にして、表2\*

\*に示す組合せ処方で染色した。染色物はすべて斑のない均一な染色物として得られ、その耐光性は表2に示すように著しく良好であった。

【0028】

【化20】



(5)

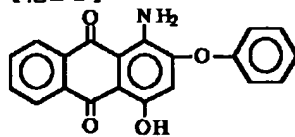
【0029】(X、Yの一方がNH<sub>2</sub>、他方がOHの混合物)

※【0031】

【表2】

【0030】

【化21】



(6)

30

※



	色 相	配合染料組合せ (g)						耐光 堅牢度
		式(1) (黄)	式(2) (黄)	式(3) (青)	式(5) (青)	式(4) (赤)	式(6) (赤)	
実施 例3	アイボ リー	0.05	0.05	0.2	0	0.17	0	4級
実施 例4	エンジ	0.2	0.7	0.36	0.18	0.75	0.75	4-5 級
実施 例5	エンジ	1.0	0.2	0.8	0.8	1.5	2.0	4-5 級
実施 例6	グリー ン	0.25	0.25	1.0	0.5	0	0	4級
実施 例7	スカー レット	0.5	0.5	0	0	1.0	2.0	4級

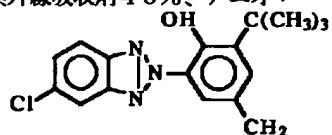
【0032】実施例8～9

化合物(1)、(2)、(3)、(4)、(5)をそれぞれ30%含有する分散染料調合物と、式(7)で示される紫外線吸収剤分散液(紫外線吸収剤40%、アニオ\*

\*ン系分散剤20%、水40%から成る混合物)

【0033】

【化22】



(7)

【0034】を用い、表3に示す配合処方にてポリエステル起毛布100gを実施例2と同様にして染色した。式(7)で示す紫外線吸収剤分散液は、染浴作成時に2g添加した。比較例3、4として式(1)または(2)の黄色分散染料のいずれか一種を省いて染色した染色物を用いて比較した。実施例2と同様に耐光堅牢度試験を※

※したところ、表3に示すように、実施例8、9の染色布の耐光堅牢度は、比較例3および比較例4に比べ、著しく優れていた。

【0035】

【表3】

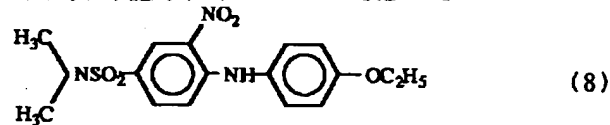
	色 相	染料組合せ (g)						耐光 堅牢度
		式(1) (黄)	式(2) (黄)	式(3) (青)	式(5) (青)	式(4) (赤)	式(7)	
実施 例8	グレー	0.06	0.06	0.40	0.10	0.2	2.0	5級
比較 例3	グレー	0.12	0	0.40	0.10	0.2	2.0	3級
実施 例9	ベージュ	0.20	0.20	0.20	0.10	0.21	2.0	5級
比較 例4	ベージュ	0	0.40	0.20	0.10	0.21	2.0	3-4 級

【0036】実施例10

\* 【0037】

実施例9における式(2)のかわりに下記式(8)

\*20 【化23】



【0038】で示す化合物30%を含有する分散染料調合物を用い、実施例9と同様にして染色し、ベージュ色の均一な染色物を得た。本染色布は、実施例2と同様に耐光性を測定したところ、耐光堅牢度4-5級と良好な結果を示した。

※調合物(化合物として30%含有)を用いて、実施例4同様の方法で染色し、エンジ色の染色物を得た。実施例2と同様に耐光堅牢度試験をしたところ、表4に示すように実施例11-14の染色布の耐光堅牢度は、優れたものであった。

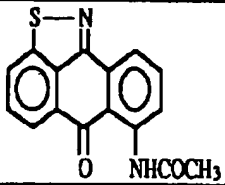
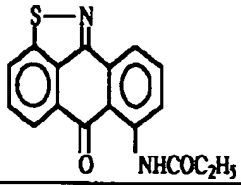
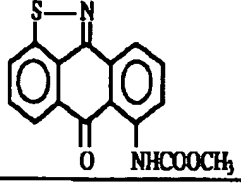
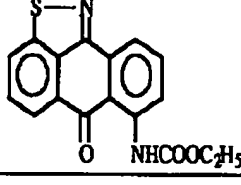
30

【0039】実施例11-14

【0040】

実施例4中の式(1)の染料の代わりに表4に示す染料※

【表4】

	式(1)の代わりに使用した染料	耐光堅牢度
実施例 11		4級
実施例 12		4級
実施例 13		4級
実施例 14		4級

【0041】実施例15～23

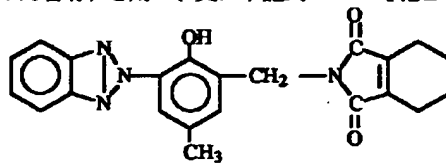
\* (9)

実施例4中の式(4)の染料の代わりに表5に示す染料

【0042】

調合物(化合物として30%含有)を用い、更に下記式\*

【化24】



(9)

【0043】に示す紫外線吸収剤分散液2g(紫外線吸収剤40%、アニオン系分散剤40%、水20%から成る混合物)を併用し、実施例4と同様の方法で染色し、エンジ色の染色物を得た。実施例2と同様に耐光堅牢度※

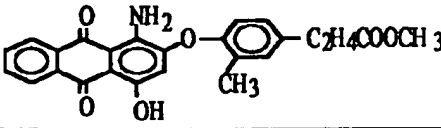
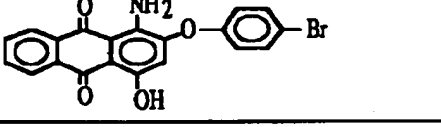
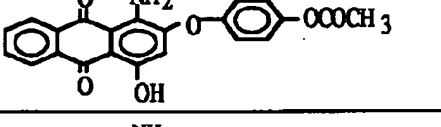
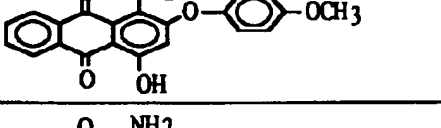
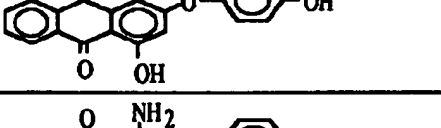
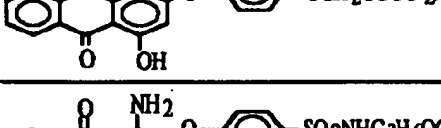
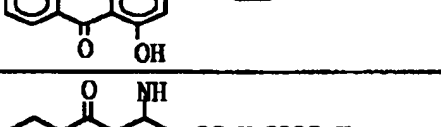
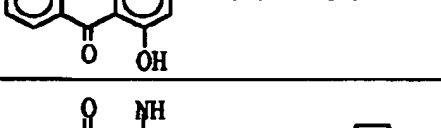
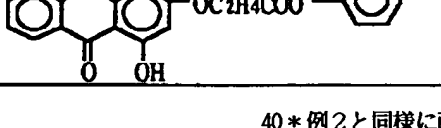
※試験をしたところ、表5に示すように実施例15～23の染色布の耐光堅牢度は、優れたものであった。

【0044】

【表5】

21

22

	式(4)の代わりに使用した染料	耐光堅牢度
実施例 15		4-5級
実施例 16		4級
実施例 17		4級
実施例 18		4級
実施例 19		4級
実施例 20		4級
実施例 21		4級
実施例 22		4-5級
実施例 23		4-5級

【0045】実施例24～33

実施例3中の式(3)の染料の代わりに表6に示す染料調合物(化合物として30%含有)を用い、更に式

(7)紫外線吸収剤分散液2gを併用し、実施例2と同様の方法で染色し、アイボリー色の染色物を得た。実施\*

40\*例2と同様に耐光堅牢度試験をしたところ、表6に示すように実施例24～33の染色布の耐光堅牢度は、優れたものであった。

【0046】

【表6】

23

24

	式(3)の代わりに使用した染料	耐光堅牢度
実施例 24		4-5級
実施例 25		4-5級
実施例 26		4-5級
実施例 27		4-5級
実施例 28		4-5級
実施例 29		4級
実施例 30		4級
実施例 31		4級
実施例 32		4-5級
実施例 33		4級

## 【0047】実施例34

実施例1で示される黄色染料組成物0.6gと、式(5)で示される化合物30%を含有する青色分散染料調合物0.5g、式(6)で示される化合物30%を含有する赤色分散染料調合物1.5g、更にC. I. Basic Yellow 73 0.15g、C. I. Basic Red 46 0.25g、C. I. Basic Blue 129 0.05gを1000mlの水に分散させ、化合物(7)で示される紫外線吸収剤分散液2g、芒硝5gおよび酢酸、酢酸ナトリウムを添加\*50

\*としてpH3.5に調整し、染浴を作成した。この染浴にポリエステル50%、カチオン可染型ポリエステル50%からなるニット布100gを投入し、室温から125℃まで2℃/分で昇温した。125℃で60分保温した後、除冷して染色を終了させた。染色物を水洗、ソーピング(非イオン活性剤1g/L 80℃、2分)し、乾燥して仕上げた染色物は濃淡のあるエンジ色に染色され、実施例2の方法による耐光堅牢度は4級と良好であった。

x B